

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-199002

(43)Date of publication of application : 18.07.2000

(51)Int.Cl.

B22F 3/035

(21)Application number : 11-284827

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 05.10.1999

(72)Inventor : TSUCHIDA TAKEHIRO  
KAGUCHI HIROSHI  
SAWAYAMA TETSUYA  
SATO MASAOKI  
AKAGI NOBUAKI  
SEKI YOSHIKAZU

(30)Priority

Priority number : 10315032 Priority date : 05.11.1998 Priority country : JP

## (54) COMPACTING METHOD OF POWDER FOR POWDER METALLURGICAL PROCESSING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method capable of efficiently increasing the density of a compacted body, and further improving the mechanical and magnetic characteristics of the final compacted body at the time of compacting the powder for powder metallurgical processing such as iron powder and iron-based powder.

SOLUTION: In achieving the warm or hot compacting by filling powder for metallurgical processing with a lubricant blended therein in a forming die to an inner wall surface of which a lubricant is applied, the quantity of the lubricant in the powder for metallurgical processing is  $\leq 0.20$  mass % (excluding 0 mass %) in terms of the ratio to the whole quantity of the powder, the forming temperature is preferably raised to be not lower than the melting point of the lubrication, and appropriate vibrations is further given to compact a compacted body of high density and thereby the compacted body having the high density is obtained.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.09.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-199002

(P2000-199002A)

(43) 公開日 平成12年7月18日 (2000.7.18)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

B 2 2 F 3/035

識別記号

F I

B 2 2 F 3/035

テーマコード (参考)

E

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平11-284827

(22) 出願日 平成11年10月5日 (1999.10.5)

(31) 優先権主張番号 特願平10-315032

(32) 優先日 平成10年11月5日 (1998.11.5)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

(72) 発明者 土田 武広

神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会

社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72) 発明者 家口 浩

神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会

社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(74) 代理人 100067828

弁理士 小谷 悦司 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉末冶金用粉末の圧縮成形法

(57) 【要約】

【課題】 鉄粉や鉄基合金粉末の如き粉末冶金用粉末を圧縮成形する際に、成形体密度を効率よく高めることができ、最終成形体の機械的特性や磁気的特性などを一段と高めることのできる方法を提供すること。

【解決手段】 内壁面に潤滑剤が塗布された成型型内に、潤滑剤が配合された粉末冶金用粉末を充填して温間または熱間で圧縮成形するに当たり、粉末冶金用粉末中の潤滑剤量を、粉末全量中に占める比率で0.20質量%以下 (0質量%は含まない) とし、好ましくは成型温度を該潤滑剤の融点以上に高め、更には適度の振動を与えて圧縮成形を行なうことにより、高密度の圧縮成形体を得る。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 内壁面に潤滑剤が塗布された成型型内に、潤滑剤が配合された粉末冶金用粉末を充填して温間または熱間で圧縮成形するに当たり、粉末冶金用粉末中の潤滑剤量を、粉末全量中に占める比率で0.20質量%以下（0質量%は含まない）とすることを特徴とする粉末冶金用粉末の圧縮成形法。

【請求項2】 前記粉末冶金用粉末として、表面にP、B、MgおよびFeを必須元素として含むガラス状絶縁膜を有する軟磁性粉末を使用する請求項1に記載の圧縮成形法。

【請求項3】 圧縮成形温度を、前記粉末に配合された潤滑剤の融点 $[T_m(^{\circ}C)]$ 以上とする請求項1または2に記載の圧縮成形法。

【請求項4】 前記圧縮成形温度を、 $3 \times [T_m(^{\circ}C)]$ 以下で且つ潤滑剤の分解もしくは気化温度以下とする請求項3に記載の圧縮成形法。

【請求項5】 潤滑剤が配合された前記粉末冶金用粉末を成型型内に充填する前に、該粉末を、該粉末に配合された前記潤滑剤の融点 $[T_m(^{\circ}C)]$ 以上に予備加熱しておく請求項3または4に記載の圧縮成形法。

【請求項6】 圧縮成形時の最大圧力を500～1500MPaとする請求項1～5のいずれかに記載の圧縮成形法。

【請求項7】 圧縮成形を行なう際に成型型に振動を加えることとし、無加圧時の振幅を片振幅で0.002～0.20mmに設定すると共に、成形圧力が500MPa以上である加圧時の全部もしくは一部を、無加圧時の振幅の20%以上とする請求項6に記載の圧縮成形法。

【請求項8】 前記振動の周波数を5Hz～20kHzとする請求項7に記載の圧縮成形法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、例えば鉄粉や鉄基合金粉末の如き粉末冶金用粉末を圧縮成形する際に、成型体密度を効率よく高めることができ、最終成型体の機械的特性や磁気的特性などを一段と高めることのできる方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】粉末冶金法によって得られる成型品の機械的特性や磁気的特性を高めるには、密度をできるだけ高くすることが有効であり、そのためには、焼結前の圧縮成形段階でできるだけ高密度化しておくことが重要となる。そこで、圧縮成形段階で振動を加えて圧密化を増進する方法が採用されている（例えば、特公平3-25278号、特公昭41-6549号、特公昭54-14781号、特公昭54-41523号各公報など）。

【0003】ところがこれら従来の振動成形法は、粉末冶金用粉末の再配列増進に主眼を置いた方法であり、タイルや陶磁器用粉末の如く低圧で圧縮成形する場合には

有効であるが、鉄粉の如く原料粉末を高圧力で塑性変形させて高圧密化を図る場合には、必ずしも十分な手段とは言えない。

【0004】また従来の粉末冶金法では、成形しようとする粉末に予め潤滑剤を配合しておくことにより該粉末の流動性を高め、粉末-粉末間、あるいは粉末-成型型間の摩擦を低減することが行われている。これは、圧縮成型体を型から取り外す際の抵抗を小さくし、成型型への焼付きを防止するのが主たる目的である。

【0005】潤滑剤の配合量は、焼結しようとする粉末に対し0.2～10質量%の範囲が一般的であり（たとえば特開平2-156002号など）、Metal powder report、Vol. 42、No. 11、p781～786（1987）でも、潤滑剤の配合量は0.5%のときに最大の圧縮密度が得られると報告されており、現在の実用化例でも、殆どは0.5～1.0質量%の範囲である。

【0006】その場合、成型体密度を高めるべく成形圧力を高くしても、潤滑剤が原料粉末間の空隙に充填されて密度アップを阻害するので、高密度成形には自ずと限界があった。かといって潤滑剤の配合量を減らすと、粉末と成型型との摩擦が大きくなるため高圧密化ができず、しかも成型型の寿命を低下させるという問題も生じてくる。

【0007】一方、成型型の内壁面に潤滑剤を塗布しておけば、粉末と成型型との摩擦が低減されることも知られている。しかしながら、原料粉末に潤滑剤を配合しないため粉末の流動性や充填性が悪く、高圧力で圧縮成形しても高密度の圧縮成型体は得られ難い。

【0008】また圧縮成型体の密度を高めるため、原料粉末や成型型を潤滑剤の融点以下（通常は70℃～120℃程度）に加熱して加圧成形することが米国特許No. 4,955,798号に開示されている。また、特開平5-271709号公報には、潤滑剤が完全に溶融する温度よりも低い温度（具体的には370℃程度以下）に加熱して加圧成形することが示されている。これらの方法は、いずれも潤滑剤が溶融すると粉末の流動性が著しく低下するという知見に基づいている。

【0009】しかしこの場合も、通常の潤滑剤配合量では潤滑剤が成型体内に残存するので、根本的な高密度化対策にはならない。

【0010】そこで、特開平9-272901号公報には、潤滑剤を含まない粉末を使用し、成型型の内壁面に潤滑剤を塗布してから該成型型を150～400℃に加熱して加圧成形することにより、成型体密度を高める方法を提案している。しかしこの方法では、原料粉末内に潤滑剤が全く配合されていないため粉末の流動性が悪く、また加圧中の粉末の再配列も起こり難いため、結果的に十分な高密度を達成できない。しかもこの方法では、粉末間の摩擦低減効果が得られないため成型体内部

で密度ムラを生じ易く、後に焼結などを行ったときに寸法バラツキを生じる原因になる。

#### 【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記の様な従来技術の問題点、特に圧縮成形時における粉末の流動性不足の問題や、成型型との摩擦の問題を解決し、高密度の圧縮成形体を確実に得ることのできる技術を確立することを目的とする。

#### 【0012】

【課題を解決するための手投】上記課題を解決することのできた本発明の成形法とは、内壁面に潤滑剤が塗布された成型型に、潤滑剤が配合された粉末冶金用粉末を充填し、温間または熱間で圧縮成形するに当たり、粉末冶金用粉末中の潤滑剤量を、粉末全量中に占める比率で0.20質量%以下(0質量%は含まない)とするところに要旨がある。

【0013】上記方法を実施するに当たっては、圧縮成形温度を、前記粉末に配合される潤滑剤の融点 $[T_m(^\circ C)]$ 以上で、且つ $[3 \times T_m(^\circ C)]$ 以下で潤滑剤が分解もしくは気化しない温度に設定することが好ましい。また潤滑剤が配合された前記粉末冶金用粉末を成型型内に充填する前に、該粉末を、該粉末に配合された前記潤滑剤の融点 $[T_m(^\circ C)]$ 以上に予備加熱しておけば、金型内の該粉末を好ましい成形温度まで昇温するための時間を短縮できるので好ましい。

【0014】該圧縮成形時の圧力は、最大圧力で500～1500MPaの範囲が好ましく、また圧縮成形を行なう際に成型型に振動を加えることとし、無加圧時の振幅を型振幅で0.002～0.20mmの範囲に設定すると共に、成形圧力が500MPa以上である加圧時の全部もしくは一部を、無加圧時の振幅の20%以上となるように振動条件を制御し、あるいは更に、振動の周波数を5ヘルツ～20キロヘルツの範囲に調整すれば、圧縮成形体の一層の高密度化が図れるので好ましい。

【0015】また本発明は、圧縮成形が行われる全ての冶金用粉末に活用でき、例えば本出願人が先に提案した、表面にP、B、MgおよびFeを必須元素として含むガラス状絶縁膜を有する軟磁性粉末を圧縮成形する際にも同様に有効に活用できる。

#### 【0016】

【発明の実施の形態】本発明者らは、圧縮成形体の高密度化を増進すべく、様々の角度から検討を重ねた結果、内壁面に潤滑剤の塗布された成型型内に、潤滑剤が配合された粉末冶金用粉末を充填して温間または熱間で圧縮成形する際に、粉末冶金用粉末内に配合される潤滑剤の量を少な目に抑えてやれば、上記の目的が見事に達成されることを知り、本発明に想到した。以下、本発明の構成と好ましい実施形態を詳細に説明していく。

【0017】本発明において粉末冶金用粉末とは、粉末を加圧成形して所定の形状を付与し、場合によってはそ

の後で焼結などの工程を経て任意の形状の成形体を製造するために用いられる粉末を総称する。また本明細書では、成型型と粉末との摩擦や、粉末同志の摩擦を低減するために潤滑剤等が配合されたものも含めて、粉末冶金用粉末ということがある。

【0018】その具体例としては、金属粉末やセラミックス粉末があり、特に成型時に塑性変形を伴う金属粉末に対して本発明は極めて有効に活用されるが、代表的なのは、純鉄粉(不純物として少量のC、Mn、Si、P、S、Cr、O、Nなどを含むものを包含する)や、焼結後の強度等の向上を期してNi、Mo、Mn、Cr、Si、その他の元素を意図的に添加した合金粉(プレアロイ型、拡散型、それらのハイブリッド型など)、あるいは磁性用途としての特性を改善するために各種の表面処理などを施した金属粉末、特に軟磁性粉末などである。

【0019】但し合金粉の場合は、合金元素の添加量が多過ぎると、鉄粉が硬質化して圧縮性が低下し、粉末冶金製品としての高密度化を阻害する要因になることがあるので注意すべきである。

【0020】また、焼結後の特性を高めるため種々の合金化元素、たとえばグラファイト、Cu、Ni、Mo等を単独若しくは2種以上配合したものであっても良く、更には少量のバインダーを用いて鉄粉の表面にグラファイト等を付着させた複合粉末であってもよい。

【0021】また本発明は、特許第2710152号に開示されている様な軟磁性粉末に対しても有効に適用できる。即ち、表面にP、B、MgおよびFeを必須元素として含むガラス状絶縁膜を有する軟磁性粉末を原料粉末として使用すると、圧縮成形体の密度が高くなり、磁気的特性と機械的特性のバランスの取れた成形体を容易に得ることができる。

【0022】本発明において極めて重要なのは、粉末冶金用粉末内に配合される潤滑剤量を定めたところにあるので、以下、潤滑剤量を定めた理由を主体にして説明を進める。

【0023】上記の様な粉末を温間もしくは熱間で圧縮成形する場合、該粉末内に0.20質量%を超える量の潤滑剤を配合すると、粉末全体の流動性が著しく低下するほか、圧縮成形体内部に含まれる潤滑剤によって成形体の密度が上がり難くなる。また圧縮成形時の温度を当該潤滑剤の融点 $[T_m(^\circ C)]$ 以上に高めた場合でも、潤滑剤の添加量が多い場合は潤滑剤が圧力で成形体の表面にしみ出すのに要する時間が長くなり、実用レベルの成形速度では満足のいく高密度成形が困難になる。

【0024】一方、潤滑剤を全く配合しない場合は、圧縮成形時に潤滑効果が得られないため成形体の高密度化が達成できないばかりでなく、成形体内部の密度ムラが大きくなり、焼結時の収縮が部分的に不均一になって寸法バラツキを生じる原因になる。

【0025】この様な理由から本発明では、潤滑剤添加量を粉末冶金用粉末中に占める比率で0.2質量%以下(0質量%は含まない)と規定した。圧縮成形体の高密度化を図る上でより好ましい潤滑剤の配合量は0.005質量%以上、更に好ましくは0.01質量%以上、特に好ましくは0.02質量%以上で、0.10質量%以下、より好ましくは0.06質量%以下である。

【0026】粉末に混合する潤滑剤の種類は特に制限されないが、代表的なのは、ステアリン酸等の高級脂肪酸の金属塩やワックス系の潤滑剤などであり、これらは単独で使用してもよく、或いは2種類以上を複合添加してもよい。

【0027】成形型の内壁面に塗布される潤滑剤の種類も制限されず、ステアリン酸等の高級脂肪酸の金属塩、ワックス系、二硫化モリブデン系、BN系、グラファイト系、その他の一般的な潤滑剤を使用することができ、これらも単独で使用し得る他、2種類以上を組み合わせ用いても構わない。これら粉末に添加する潤滑剤および型内塗布潤滑剤の何れについても、温間乃至熱間成形時の温度に応じて最適の潤滑剤を選択することが望ましい。

【0028】上記潤滑剤を成形型の内壁面に塗布する方法としては、固体状態で付着させる方法、溶媒に溶解乃至分散させてから刷毛塗りや噴霧付着させる方法、潤滑剤を加熱溶解させて塗布する方法などを適宜採用できる。

【0029】圧縮成形時の温度については、上記粉末を加熱して塑性変形能を与え変形抵抗を下げることで有効であり、そのためには、粉末自体を適当な温度に予備加熱しておくか、成形型に充填した後に成形型からの伝熱を利用して加熱する方法などを採用できるが、成形型の温度が低いと加圧中に粉末の温度が低下して圧縮性が低下する傾向があるので、成形型の温度を適正に保つことが望ましい。冶金用粉末として代表的な鉄粉を使用する場合を例にあげると、成形型の加熱温度は80℃以上が適当であり、80℃未満の温度では鉄粉の変形抵抗が高いため高密度の成形体が得られ難くなる。

【0030】また圧縮成形時の温度は、原料粉末中に配合される潤滑剤の融点 $[T_m(℃)]$ 以上に設定することが望ましく、この様な成形温度を採用すると、圧縮成形時に潤滑剤が熔融することによって該潤滑剤が成形体表面に滲み出し、原料粉末間の空隙から自然に除かれると共に、滲み出した潤滑剤は成形体-粉末間の摩擦低減に有効に作用し、圧縮成形体の一層の高密度化に寄与する。

【0031】先にも述べた様に従来技術では、粉末の流動性向上の観点から成形温度は潤滑剤の融点以下が好ましいとされていたが、本発明では、潤滑剤の配合量を少な目に抑えることでその様な問題を回避している。但し成形温度を過度に高めても、高温成形による高密度化効

果は飽和するので熱経済的に無駄であるばかりでなく、温度が高くなり過ぎると、潤滑剤の熱劣化が激しくなって潤滑効果が失われるなどの問題も生じてくるので、成形温度は潤滑剤の融点 $[T_m(℃)]$ に対して $[3 \times T_m(℃)]$ を超えない温度に抑えるべきである。また潤滑剤の種類によっては、 $[3 \times T_m(℃)]$ 以下の温度で熱分解したり、熱分解しないまでも気化して潤滑効果を失うものもあるので、こうした熱分解もしくは気化を生じない様な温度に制御することが望ましい。

10 【0032】冶金用粉末として最も一般的な鉄粉を使用する場合の好ましい成形温度の上限は500℃程度である。

【0033】なお本発明では2種類以上の潤滑剤を併用することも可能であるが、この場合は、併用される潤滑剤のうち少なくとも1種類の潤滑剤の融点以上であれば、上記作用は有効に発揮される。しかし、上記潤滑剤の作用をより効果的に発揮させるには、成形温度が、併用した全ての潤滑剤の融点以上となる様にコントロールすることが望ましい。

20 【0034】成形型の加熱法としては、外部からヒーターで加熱する方法の他、通電してジュール熱で加熱する方法、高周波加熱法、赤外線加熱法などが制限なく採用できる。

【0035】また、成形型に充填された粉末が加熱された成形型によって温められるまでには多少の時間がかかるので、より短時間で圧縮成形を完了するには、粉末を成形型内に充填する前に所定の温度に予備加熱しておくことも有効である。特に、上記成形温度とほぼ等しいかそれ以上に予備加熱しておけば、成形までの時間をより短縮できるので好ましい。即ち、原料粉末を、好ましい成形温度として推奨される潤滑剤の融点 $[T_m(℃)]$ 以上に予備加熱しておくことは、原料粉末の型内充填から圧縮成形までの待ち時間を短縮しトータルの成形時間を短縮する上で有効である。但し予備加熱温度が高くなり過ぎると、潤滑剤が熱劣化を起こして潤滑効果を失うことがあるので、予備加熱温度は、潤滑剤の融点 $[T_m(℃)]$ に対して $[3 \times T_m(℃)]$ を超えない様に制御することが望ましい。

40 【0036】また潤滑剤の種類によっては、 $[3 \times T_m(℃)]$ 以下の温度であっても熱分解を起こしたり気化して潤滑作用が発揮されなくなることがあるので、予備加熱温度も該熱分解温度や気化温度を超えない様に制御すべきである。また、予備加熱温度が高くなり過ぎると、冶金用粉末が酸化を受けたり焼結することもあるので、雰囲気ガスの制御なども配慮することが望まれる。

【0037】圧縮成形時の圧力にも格別の制限はないが、鉄粉を使用する場合の好ましい圧力は500MPa以上であり、成形圧力が不足する場合は鉄粉の塑性変形が不十分となって成形体密度が上がり難くなる。但し、圧力による密度上昇は1500MPaでほぼ飽和し、そ

れ以上に圧力を高めてもそれ以上に密度は殆ど上がらないので、経済的にも又設備面からも無駄である。

【0038】上記の様に本発明では、成形型内面に潤滑剤を塗布すると共に、冶金用粉末内に少量の潤滑剤を含有させて圧縮成形するところに特徴を有しているが、該圧縮成形工程で適度の振動を加えると、圧縮成形体の一層の高密度化が図れるので好ましい。この振動には、従来の振動成形技術を実質的にそのまま適用することも可能であるが、振動条件を下記のように制御すれば、振動による圧密化効果が一層有効に発揮されるので好ましい。

【0039】即ち、本発明で好ましく採用される上記振動条件制御とは、特に加圧前の無加圧時に与える振動の振幅制御と、加圧時に付加される振動の振幅制御の組み合わせであり、以下に詳述する様な振動の振幅制御を行なうことによって、圧縮成形体の成形密度を一層効果的に高め得ることが確認された。

【0040】ちなみに本発明者らが確認したところによると、鉄粉の如き塑性変形する粉末を圧縮成形する場合、従来の振動成形法では、無加圧時に十分な振動の振動を与えたとしても、加圧時には該振動が減衰してしま

って加振効果が有効に発揮されないことが確認された。  
【0041】ところが、無加圧時の振動の片振幅を0.002~0.20mmの範囲に設定すると共に、最大圧力500~1500MPaで加圧成形する際の、特に圧力が500MPa以上となっている加圧時の全部もしくは一部に、上記無加圧時における振動の20%以上、より好ましくは50%以上の振動を与えてやれば、加圧成形時における粉末-粉末間および粉末-成形型間の摩擦低減効果が更に高まり、圧縮成形体の密度を一段と高めることができるのである。

【0042】ここで、無加圧時の振動の片振幅を0.002~0.20mmの範囲と定めたのは、該振幅が0.002mm未満では、無加圧時の振動による圧密化効果が有効に発揮されず、一方0.20mmを超えて振幅を過度に大きくすることは、該振動を維持するのに過大なエネルギーが必要になるばかりでなく、設備の保全も困難になるからである。こうした観点から、より好ましい無加圧時の振動の片振幅は0.05mm以上、0.15mm以下である。

【0043】また、加圧成形時の振幅を無加圧時の振幅の20%以上と定めたのは、20%未満では、加圧振動による前記摩擦低減作用とそれに伴う高圧密化効果が有効に発揮されないからであり、加圧時の振動による高圧密化効果をより有効に発揮させるには、無加圧時の振幅の50%以上に設定することが望ましい。また、前述した如く主に設備面から振幅維持が困難となる0.20mm以下であれば、無加圧時の振幅の100%を超えても差し支えない。

【0044】振動を与えるための手段は特に制限されないが、好ましい方法は、成形型に上下パンチを介して内

部の粉末に振動を与える方法、上パンチ若しくは下パンチのみから振動を与える方法、更にはダイスにも振動を与えてパンチからの振動との組み合わせを採用することでも有効である。振動を与えるタイミングは、無加圧時と、少なくとも500MPa以上に加圧したときの全部もしくは一部であり、成形型内への原料粉末の充填時、もしくは圧縮成形体の脱型時に振動を加えるか否かは自由である。

【0045】また付与される振動の基本周波数は、粉末-粉末間の摩擦低減とそれに伴う高圧密化を達成するため通常は5Hz~20KHz、より好ましくは5Hz~200Hzの範囲から設定される。ちなみに、基本周波数が5Hz未満では、加振による粉末同士の摩擦を十分に低減することができず、また加圧時に20KHzを超える高周波数の振動を与えるには過大なエネルギーを要し、設備面から実用にそぐわないからである。但し、振動発生装置でそれらの整数倍に相当する周波数の振幅が合成されている場合は、その様な高周波数の振動を利用することも勿論可能である。

【0046】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、下記実施例は本発明を限定する性質のものではなく、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に含まれる。

【0047】実施例

V型混合器を使用し、表1~4に示す配合組成の原料粉末を30分間混合する。得られた各混合粉末を約20gづつ秤量し、所定の温度に加熱した金型(直径31.5mm×深さ12.5mm)に充填し、表1~4に示す条件で加圧成形した。

【0048】なお表1では、鉄粉として「300M」

(株式会社神戸製鋼所製)または「4800DFC」

(株式会社神戸製鋼所製)、添加潤滑剤としてグラファイトとステアリン酸リチウムまたは炭化水素系ワックス、型内潤滑剤としてステアリン酸リチウムまたは二硫化モリブデンを使用した場合の例、表2では、鉄粉と共に合金元素を併用した場合の例、表3では、鉄粉表面にリン酸、ホウ酸、酸化マグネシウムからなる水溶液を混合して乾燥し、表面にガラス状絶縁皮膜を形成した絶縁処理鉄粉を使用した場合の例、表4では、該成形工程で振動発生器(ダイイチ社製の振動盤ユニット)を用いて金型に振動を加え、無加圧時の振幅Aと500MPa加圧時の振幅Bをいろいろ変えて実験を行なった場合の例である。得られた各成形体の密度を、各成形体の体積と重量から算出し、各表に示す結果を得た。また一部の実験では、粉末を成形温度に予備加熱しておき、粉末を金型に充填してから成形するまでの時間短縮効果を確認した。

【0049】

【表1】

No.	粉末冶金用混合粉末						型内	成形条件			成形体 密度
	鉄粉 (mass%)	グラファイト (mass%)	その他の 合金粉末 (mass%)	配合潤滑剤				成形 温度 (℃)	成形 圧力 (MPa)	添加 潤滑剤 の状態	
				種類	融点(℃)	添加量 (mass%)					
1a	300M	0.75	なし	ステアリン酸Li	216	0.000	ステアリン酸Li	150	700	固体	7.39
2a	300M	0.75	なし	ステアリン酸Li	216	0.005	ステアリン酸Li	150	700	固体	7.50
3a	300M	0.75	なし	ステアリン酸Li	216	0.05	ステアリン酸Li	150	700	固体	7.48
4a	300M	0.75	なし	ステアリン酸Li	216	0.10	ステアリン酸Li	150	700	固体	7.46
5a	300M	0.75	なし	ステアリン酸Li	216	0.20	ステアリン酸Li	150	700	固体	7.42
6a	300M	0.75	なし	ステアリン酸Li	216	0.25	ステアリン酸Li	150	700	固体	7.36
7a	4800DFC	0.6	なし	炭化水素系ワックス	150	0.1	二硫化モリブデン	160	400	液体	7.21
8a	4800DFC	0.6	なし	炭化水素系ワックス	150	0.1	二硫化モリブデン	160	500	液体	7.44
9a	4800DFC	0.6	なし	炭化水素系ワックス	160	0.1	二硫化モリブデン	160	700	液体	7.51
10a	4800DFC	0.6	なし	炭化水素系ワックス	150	0.1	二硫化モリブデン	160	1000	液体	7.60
11a	4800DFC	0.6	なし	炭化水素系ワックス	150	0.1	二硫化モリブデン	160	1500	液体	7.65
12a	4800DFC	0.6	なし	炭化水素系ワックス	150	0.1	二硫化モリブデン	160	1800	液体	7.65

【0050】

\* \* 【表2】

No.	粉末冶金用混合粉末						型内 潤滑剤	成形条件			成形体 密度 (g/cm <sup>3</sup> )
	鉄粉 (mass%)	グラファイト (mass%)	その他の 合金粉末 (mass%)	配合潤滑剤				成形 温度 (°C)	成形 圧力 (MPa)	添加 潤滑剤 の状態	
				種類	融点(°C)	添加量 (mass%)					
1b	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	ステアリン酸Li	60	700	固体	7.25
2b	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	ステアリン酸Li	80	700	固体	7.37
3b	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	ステアリン酸Li	100	700	固体	7.37
4b	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	ステアリン酸Li	130	700	固体	7.43
5b	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	ステアリン酸Li	220	700	液体	7.51
6b	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	ステアリン酸Li	380	700	液体	7.55
7b	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	ステアリン酸Li	480	700	気体	7.55
8b	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	ステアリン酸Li	600	700	気体	7.56
9b	4800DFC	0.75	1.5%Cu	ステアリン酸Zn	126	0.05	グラファイト系	60	700	固体	7.27
10b	4800DFC	0.75	1.5%Cu	ステアリン酸Zn	126	0.05	グラファイト系	80	700	固体	7.37
11b	4800DFC	0.75	1.5%Cu	ステアリン酸Zn	126	0.05	グラファイト系	100	700	固体	7.38
12b	4800DFC	0.75	1.5%Cu	ステアリン酸Zn	126	0.05	グラファイト系	130	700	液体	7.47
13b	4800DFC	0.75	1.5%Cu	ステアリン酸Zn	126	0.05	グラファイト系	220	700	液体	7.49
14b	4800DFC	0.75	1.5%Cu	ステアリン酸Zn	126	0.05	グラファイト系	380	700	気体	7.51
15b	4800DFC	0.75	1.5%Cu	ステアリン酸Zn	126	0.05	グラファイト系	480	700	気体	7.50
16b	4800DFC	0.75	1.5%Cu	ステアリン酸Zn	126	0.05	グラファイト系	600	700	気体	7.51
17b	300M	0.75	1.5%Cu	ステアリン酸Zn + 炭化水素系ワックス	126 143	0.025 0.025	ステアリン酸Li	150	600	液体 液体	7.43
18b	300M	0.75	1.5%Cu	ステアリン酸Zn + 炭化水素系ワックス	126 158	0.025 0.025	ステアリン酸Li	150	600	液体 固体	7.39
19b	300M	0.75	1.5%Cu	ステアリン酸Li + 炭化水素系ワックス	216 158	0.025 0.025	ステアリン酸Li	150	800	固体 固体	7.36

【0051】

※ ※ 【表3】

No.	粉末冶金用混合粉末						型内	成形条件			成形体 密度
	鉄粉 (mass%)	グラファイト (mass%)	その他の 合金粉末 (mass%)	配合潤滑剤				成形 温度 (°C)	成形 圧力 (MPa)	添加 潤滑剤 の状態	
				種類	融点(°C)	添加量 (mass%)					
1c	絶縁処理鉄粉	なし	なし	ステアリン酸Li	216	0.100	二硫化モリブデン	25	700	固体	7.18
2c	絶縁処理鉄粉	なし	なし	ステアリン酸Li	216	0.100	二硫化モリブデン	100	700	固体	7.24
3c	絶縁処理鉄粉	なし	なし	ステアリン酸Li	216	0.100	二硫化モリブデン	150	700	固体	7.24
4c	絶縁処理鉄粉	なし	なし	ステアリン酸Li	216	0.100	二硫化モリブデン	200	700	固体	7.23
5c	絶縁処理鉄粉	なし	なし	ステアリン酸Li	216	0.100	二硫化モリブデン	250	700	液体	7.26
6b	絶縁処理鉄粉	なし	なし	ステアリン酸Li	216	0.75	なし	25	700	固体	7.08
7c	絶縁処理鉄粉	なし	なし	ステアリン酸Zn	126	0.005	二硫化モリブデン	150	700	液体	7.24
8c	絶縁処理鉄粉	なし	なし	ステアリン酸Zn	126	0.010	二硫化モリブデン	150	700	液体	7.24
9c	絶縁処理鉄粉	なし	なし	ステアリン酸Zn	126	0.100	二硫化モリブデン	150	700	液体	7.25
10c	絶縁処理鉄粉	なし	なし	ステアリン酸Zn	126	0.20	二硫化モリブデン	150	700	液体	7.20
11c	絶縁処理鉄粉	なし	なし	ステアリン酸Zn	126	0.40	二硫化モリブデン	150	700	液体	7.14
12c	絶縁処理鉄粉	なし	なし	ステアリン酸Zn	126	0.75	なし	150	700	液体	7.07

【0052】

【表4】

No.	粉末冶金用混合粉末						型内	成形条件						成形体密度 ( $g/cm^3$ )
	鉄粉 (mass%)	グラファイト (mass%)	その他の 合金粉末 (mass%)	種類	融点(°C)	添加量 (mass%)		成形 温度 (°C)	成形 圧力 (MPa)	周波数 (Hz)	無加圧時 振幅A (mm)	加圧時 振幅B (mm)	減衰率 (A/B) ×100	
1d	300M	0.75	1%Cu, 1.5%Ni	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	700	50	0.05	0.04	80.0	7.58
2d	300M	0.75	1%Cu, 1.5%Ni	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	700	50	0.05	0.025	50.0	7.58
3d	300M	0.75	1%Cu, 1.5%Ni	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	700	50	0.05	0.024	48.0	7.54
4d	300M	0.75	1%Cu, 1.5%Ni	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	700	50	0.05	0.019	38.0	7.53
5d	300M	0.75	1%Cu, 1.5%Ni	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	700	50	0.05	0.010	20.0	7.52
6d	300M	0.75	1%Cu, 1.5%Ni	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	700	50	0.05	0.008	18.0	7.49
7d	300M	0.75	1%Cu, 1.5%Ni	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	700	50	0.05	0.007	14.0	7.48
8d	300M	0.75	1.5%Cu	炭化水素系ワックス	145	0.1	ステアリン酸Li	160	700	50	0.001	0.0003	30.0	7.48
9d	300M	0.75	1.5%Cu	炭化水素系ワックス	145	0.1	ステアリン酸Li	160	700	50	0.002	0.001	50.0	7.62
10d	300M	0.75	1.5%Cu	炭化水素系ワックス	145	0.1	ステアリン酸Li	160	700	50	0.01	0.004	40.0	7.52
11d	300M	0.75	1.5%Cu	炭化水素系ワックス	145	0.1	ステアリン酸Li	160	700	50	0.05	0.017	34.0	7.54
12d	300M	0.75	1.5%Cu	炭化水素系ワックス	145	0.1	ステアリン酸Li	160	700	50	0.10	0.0205	20.5	7.57
13d	300M	0.75	1.5%Cu	炭化水素系ワックス	145	0.1	ステアリン酸Li	160	700	50	0.20	0.044	22.0	7.55
14d	300M	0.75	1.5%Cu	炭化水素系ワックス	145	0.1	ステアリン酸Li	160	700	50	0.25	0.032	12.8	7.52
15d	4800DFC	0.6	なし	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	400	50	0.051	0.026	51.0	7.37
16d	4800DFC	0.6	なし	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	500	50	0.05	0.023	45.0	7.41
17d	4800DFC	0.6	なし	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	700	50	0.05	0.022	44.0	7.53
18d	4800DFC	0.6	なし	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	1000	50	0.052	0.019	36.5	7.64
19d	4800DFC	0.6	なし	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	1500	50	0.05	0.010	20.0	7.69
20d	4800DFC	0.6	なし	ステアリン酸Zn	126	0.1	ステアリン酸Li	150	1800	50	0.05	0.008	16.0	7.70
21d	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	二硫化モリブデン	150	700	15	0.05	0.038	76.0	7.52
22d	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	二硫化モリブデン	150	700	20	0.05	0.011	22.0	7.56
23d	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	二硫化モリブデン	150	700	100	0.05	0.020	40.0	7.58
24d	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	二硫化モリブデン	150	700	200	0.05	0.021	42.0	7.57
25d	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	二硫化モリブデン	150	700	15k	0.05	0.012	24.0	7.53
26d	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	二硫化モリブデン	150	700	20k	0.05	0.010	20.0	7.53
27d	300M	0.75	1.5%Ni	ステアリン酸Li	216	0.05	二硫化モリブデン	150	700	25k	0.05	0.005	10.0	7.48

【0053】表1～4より次の様に考えることができる。

【0054】表1において、No. 1aは冶金用粉末に潤滑剤を配合しなかった例であり、他の例に比べて成形体密度が低い。No. 2a～6aは、型内潤滑剤および粉末配合潤滑剤のいずれにもステアリン酸Liを使用し、粉末配合潤滑剤の添加量を種々変更した場合の成形体密度に与える影響を調べたもので、型内潤滑とごく少量の潤滑剤を添加することで高い成形体密度が得られており、特に0.005～0.1質量%の添加でより高い密度が得られている。しかし、配合潤滑剤が0.20質量%を超えると、成形体密度は明らかに低下してきている(No. 6a)。

【0055】No. 7a～12aは、成形圧力が成形体密度に与える影響を調べるために行ったもので、圧力が500MPa未満では成形体密度が十分に上がらず、また約1500MPaで密度上昇は飽和しており、500～1500MPaの範囲が好適であることが分かる。

【0056】表2において、No. 1b～8bは、型内潤滑剤および粉末混合潤滑剤のいずれにもステアリン酸リチウムを使用し、加圧成形時の温度を種々変更した場合の成形体密度に与える影響を調べたもので、成形温度を潤滑剤の融点よりも高くしたNo. 5b, 6bでは、成形温度が潤滑剤の融点よりも低いNo. 1b～4bに比べて高い成形体密度が得られている。No. 7b, 8bは、成形温度が高過ぎて潤滑剤が気化した例で、温度上昇による鉄粉の軟化促進により成形体密度は上がるはずであるが、潤滑剤の気化による潤滑性低下のため成形体密度は飽和状態に達している。尚、成形温度を過度に高めることは、加熱のためのコストアップや金型寿命の低下などを招くため好ましいことではなく、それらの障

害を招くことなく成形体密度を有効に高めるには、潤滑剤による作用が有効に発揮される該潤滑剤の気化温度以下に抑えることが望ましい。

【0057】またNo. 9b～16bは、型潤滑剤としてグラファイト系潤滑剤を使用し、粉末配合潤滑剤としてステアリン酸亜鉛を用いた例であり、成形温度を配合潤滑剤の融点以下に抑えたNo. 9b～11bに比べて、融点以上に高めたNo. 12b～16bでは明らかに高い成形体密度が得られている。但し、成形温度が高くなると、鉄粉の軟化促進により成形体密度は上がるはずであるが、潤滑剤が気化する温度域になると潤滑作用が低下し、結果的に成形体密度は飽和状態に達している(No. 14b～16b)。

【0058】更にNo. 17b～19bは、型内潤滑剤としてステアリン酸リチウム、粉末配合潤滑剤としてステアリン酸亜鉛と炭化水素系ワックスを併用した例であり、成形温度を2種の配合潤滑剤のいずれの融点よりも高温に設定したNo. 17bの場合に、最も高い成形体密度が得られている。

【0059】表3は、冶金用粉末として絶縁処理鉄粉を使用し、型内潤滑剤として二硫化モリブデン、配合潤滑剤としてステアリン酸リチウムまたはステアリン酸亜鉛を用いて、配合潤滑剤の添加量や成形温度を変えた場合の例である。これらの例より、型内潤滑を省略した場合(No. 6c, 12c)では、何れも圧密化が不十分であり、また配合潤滑剤が多過ぎる場合(No. 11c)も、成形体密度が低くなっており、配合潤滑剤の添加量が0.005～0.20%の範囲ではいずれも高い成形体密度が得られている。更に、成形温度を変えたNo. 1c～5cのデータを比較すると、成形温度を配合潤滑剤の融点以上に高めることによって最も高い成形体密度



が得られている。

【0060】表4は、鉄粉に他の合金粉末を配合した冶金用粉末を使用し、様々の型内潤滑剤と配合潤滑剤を使用したものについて、成形圧力を変えたり、あるいは成形時の加振条件を種々変えた場合について、成形体密度に与える影響を調べた結果を示したものであり、成形圧力を500M～1500MPaの範囲に設定し、加振時の周波数を20Hz～20kHzの範囲に設定し、あるいは、無加圧時の振幅を0.002～0.20mmの範囲に設定すると共に、加圧時の振幅を無加圧時の20% 10

以上に設定れば、成形体密度を効率よく高め得ることが分かる。

【0061】

【発明の効果】本発明は以上の様に構成されており、成形型内への潤滑剤塗布と冶金用粉末内へのごく少量の潤滑剤配合を併用し、温間または熱間の圧縮成形法を採用し、好ましくは成形圧力を500～1500MPaに設定し、あるいは更に適度の振動を加えることによって、高密度の圧縮成形体を簡単且つ確実に得ることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 澤山 哲也

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号  
株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

(72)発明者 佐藤 正昭

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号  
株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

(72)発明者 赤城 宣明

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号  
株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

(72)発明者 関 義和

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号  
株式会社神戸製鋼所高砂製作所内